Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR05/001444

International filing date: 17 May 2005 (17.05.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR

Number: 10-2004-0035025

Filing date: 18 May 2004 (18.05.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 30 June 2005 (30.06.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)





This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office

출 원 번 호

특허출원 2004년 제 0035025 호

Application Number

10-2004-0035025

출 원 일 자

자 : 2004년 05월 18일

Date of Application

MAY 18, 2004

술 찬

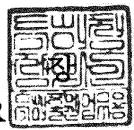
인 : 주식회사 메카로닉스

Applicant(s)

MECHARONICS CO., LTD.

2005 년 06 월 09 일

특 허 청 COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】 특허출원서

【권리구분】 특허

【수신처】 특허청장

[제출일자] 2004.05.18

【발명의 국문명칭】 화학기상증착법에 의한 A I q3 박막 제조방법

【발명의 영문명칭】 Method for manufacturing A I q3 layer by CVD

[출원인]

【명칭】 주식회사 메카로닉스

【**출원인코드**】 1-2000-053412-5

【대리인】

【성명】 김인한

[대리인코드] 9-2003-000087-5

【**포괄위임등록번호**】 2004-034103-4

【대리인】

【성명】 김희곤

[대리인코드] 9-2003-000269-0

【**포괄위임등록번호**】 2004-034104-1

【발명자】

【성명의 국문표기】 장혁규

【성명의 영문표기】 JANG, HYUK-KY00

【주민등록번호】 641202-1025628

【**우편번호**】 463-480

【주소】 경기도 성남시 분당구 금곡동 청솔마을 901동 1212호

【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 김현창

【성명의 영문표기】 KIM.HYUN-CHANG

 【주민등록번호】
 710803-1814618

【우편번호】 459-747

【주소】 경기도 평택시 지산동 건영아파트 106동 501호

【국적】 KR

【심사청구】 청구

【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정

에 의한 출원심사 를 청구합니다. 대리인

김인한 (인) 대리인

김희곤 (인)

【수수료】

【기본출원료】 0 면 38,000 원

【**가산출원료**】 21 면 0 원

 【우선권주장료】
 0
 건
 0
 원

【심사청구료】 11 항 461.000 원

【합계】 499,000 원

【감면사유】 소기업(70%감면)

【감면후 수수료】 149,700 원

【첨부서류】 1.소기업임을 증명하는 서류_1통

【요약서】

[요약]

본 발명은 Alq3 박막 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 화학기상 증착법을 이용하여 Alq3 박막을 대량 생산할 수 있는 Alq3 박막 제조방법에 관한 것 이다.

본 발명은, 화학기상 증착법을 이용하여 박막을 제조하는 방법에 있어서,

- 1) 반응 챔버 내부에 기판을 위치시키고, 상기 반응 챔버 내부를 특정한 반응 온도로 유지하는 단계; 및
- 2) 반응 챔버 내부로 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급하고, 반응시키는 단계; 를

포함하는 것을 특징으로 하는 Alq3 박막 제조방법을 제공한다.

【대표도】

도 2

【색인어】

유기 EL, 발광층, Alq3, 화학기상 증착방법

【명세서】

【발명의 명칭】

화학기상증착법에 의한 A l q 3 박막 제조방법{Method for manufacturing A l q 3 layer by CVD}

【도면의 간단한 설명】

<!> 도 1은 Alg₃의 구조를 나타내는 구조식이다.

도 2는 본 발명에서 사용하는 화학기상 증착장치의 개념도이다.

<>> 도 3은 본 실시예에 따른 알루미늄 원료 물질의 구조를 나타내는 도면이다.

도 4는 본 실시예에 따른 8-히드록시퀴놀린 계열 물질의 구조를 나타내는 도 면이다.

도 5는 본 실시예에 따른 Alq3 박막 제조방법의 각 공정을 나타내는 도면들이다.

<6> < 도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명 >

<7> 1 : 화학기상 증착장치 10 : 반응 챔버

<8> 20 : 서셉터 22 : 기판

<9> 30 : 원료 공급관 40 : 이동가스 공급관

<10> 50 : 진공 펌프

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

<11>

<12>

<13>

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

본 발명은 Alq3 박막 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 화학기상 증착법을 이용하여 Alq3 박막을 대량 생산할 수 있는 Alq3 박막 제조방법에 관한 것 이다.

Alq3는 도 1에 도시된 바와 같은 구조를 가지는 화학 물질이며, 유기 EL 소자에서 발광층으로 사용되는 대표적인 물질이다. 기판 상에 Alq3 박막을 형성하기위한 방법으로 종래에는 물리적 증착법(Physical Vapor Deposition, PVD) 중 하나인 열증착 방법(Themal evaporation)을 사용한다.

열증착 방법은 Alq3 분자 자체를 반응로에 주입하고, 고온의 열을 가하여 기판에 증착하는 방법으로서, Alq3 박막을 쉽게 얻을 수 있는 장점이 있다. 그러나 이러한 열증착 방법은 제조되는 박막이 불균일하고, 대량 생산이 불가능한 문제점이 있다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

본 발명은 종래의 열증착 방법이 갖는 문제점을 해결하기 위해 창안된 것으로서, 화학기상 증착법을 이용하여 Alq3 박막을 대량 생산할 수 있는 Alq3 박막 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

【발명의 구성】

- <15> 전술한 목적을 달성하기 위하여 본 발명은, 화학기상 증착법을 이용하여 박 막을 제조하는 방법에 있어서,
- <16> 1) 반응 챔버 내부에 기판을 위치시키고, 상기 반응 챔버 내부를 특정한 반응 온도로 유지하는 단계; 및
- <17> 2) 반응 챔버 내부로 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 동시에 공급하고, 반응시키는 단계; 를
- <18> 포함하는 것을 특징으로 하는 Alq3 박막 제조방법을 제공한다.
- 또한 본 발명에서는, 필요에 따라 상기 2) 단계 수행후에, 미반응 원료 물질 및 부산물을 제거하는 퍼징 단계가 더 포함될 수 있다.
- 또한 본 발명에서는, 필요에 따라 상기 2) 단계를 적어도 2회 반복하여 수행하여 제조되는 박막의 두께를 조정할 수 있다.
- 또한 본 발명에서는, 반응 챔버 내부의 반응 온도를 15 ~ 500℃로 하는
 것이, 반응 속도 상승 및 제조되는 박막의 특성을 향상시킬 수 있어서 바람직하다.
- <22> 또한 본 발명에서는, 상기 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물

질은, 0.1초 ~ 1 시간 동안 반응 챔버에 공급되는 것이, 반응 속도 상승 및 제조되는 박막의 특성을 향상시킬 수 있어서 바람직하다.

또한 본 발명에서는, 헬륨(He), 수소(H₂), 질소(N₂), 아르곤(Ar) 으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나의 퍼징 가스를 주입하고, 반응 챔버에 마련되는 진공 펌프를 이용하여 반응 챔버 내에 존재하는 가스를 흡입하여 제거하도록 퍼징 단계를 수행하는 것이, 퍼징 시간을 단축하여 전체 공정시간을 단축할 수 있어서 바람직하다.

<24> 이때 상기 퍼징 가스는, 1 ~ 1000 sccm의 유량으로 0.1 ~ 100초 동안 주입되는 것이 바람직하다.

<25>

이하에서는 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 구체적인 실시예를 상세하게 설명한다. 이에 앞서, 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 아니되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위하여 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만한다. 따라서 본 명세서에 기재된 실시예와 도면에 도시된 구성은 본 발명의 가장바람직한 일 실시예에 불과할 뿐이고, 본 발명의 기술적 사상을 모두 대변하는 것

은 아니므로 본 출원시점에 있어서 이들을 대체할 수 있는 다양한 균등물과 변형예들이 있을 수 있음을 이해하여야 한다.

우선 본 실시예에 따른 Alq_3 박막을 제조하기 위하여 사용하는 화학기상 증착 장치(1)를 설명한다. 도 2는 본 실시예에 따른 Alq_3 박막을 제조에 사용되는 화학기상 증착 장치를 나타내는 개념도이다.

<26>

<27>

<28>

<29>

우선 내부에 진공 형성이 가능한 반응 챔버(10)가 마련된다. 이 반응 챔버 (10) 내부에는 소정 부분에 기판(22)을 탑재할 수 있는 서셉터(20)가 마련된다. 따라서 반응 챔버(10) 내부로 반입되는 기판은 서셉터(20) 상부에 위치된 상태로 공정이 진행된다. 그리고 반응 챔버 내부에는 반응 챔버 내부를 일정한 온도로 유지할 수 있는 온도 조절 장치(도면에 미도시)가 마련된다. 따라서 반응 챔버(10) 내부는 이 온도 조절 장치를 사용하여 일정한 반응 온도를 유지할 수 있다.

한편 반응 챔버(10)의 다른 부분에는 반응 챔버(10) 내부로 원료 물질을 공급하기 위한 원료 공급관(30)이 마련되고, 이에 인접하게 반응 챔버(10) 내부로 이동가스를 공급하기 위한 이동가스 공급관(40)이 마련된다. 이때 원료 공급관(30)과이동가스 공급관(40)의 말단은, 도 2에 도시된 바와 같이, 반응 챔버(10) 입구(A)에서 합쳐지도록 마련되는 것이 바람직하다. 따라서 원료 물질과 이동 가스를 동시에 반응 챔버(10) 내부로 공급할 수 있다.

또한 반응 챔버(10)의 또 다른 부분에는 반응 챔버(10) 내부의 가스를 흡입

하여 제거할 수 있는 진공 펌프(50)가 연결된다. 따라서 반응 챔버(10) 내부는 특정한 경우에 진공 상태로 형성될 수 있으며, 일정 단계의 공정을 수행한 후에는 미반응 원료 물질과 부산물을 흡입하여 제거할 수 있다.

<30> 다음으로는 본 실시예에 따른 Alq3 박막 제조방법을 설명한다.

<31>

<32>

<33>

우선 반응 챔버(10) 내부에 마련되는 서셉터(20)에 기판(22)을 위치시킨다. 그리고 반응 챔버(10) 내를 반응에 적합한 온도인 반응 온도로 유지한다. 본 실시 예에서는 반응 온도를 상온 ~ 500℃로 하는 것이 바람직하다. 여기에서 상온이라 함은, 평상의 온도를 말하는 것으로서 약 15 ~ 25 ℃ 정도이다.

반응 챔버(10) 내부가 일정한 반응 온도로 유지되면 반응 챔버(10) 내부로 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급한다. 이때 알루미늄 원료 물질은 도 3에 도시된 16가지 물질 중에서 선택되는 어느 하나이며, 기화된 상태로 반응 챔버(10) 내부로 공급된다. 또한 8-히드록시퀴놀린 계열 물질은 도 4에 도시된 바와 같은 구조를 가지는 8-하드록시 퀴놀린(8-hydroxy quinoline) 계열물질이다. 이러한 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질은 모두 상온에서 액상이기 때문에 화학기상 중착법에 적용이 용이하며, 비교적 안정적인 증기압특성을 가지므로 양산성이 좋다. 알루미늄 원료 물질이나 8-히드록시퀴놀린 계열물질을 공급함에 있어서, 그 공급시간은 0.1 초 ~ 1시간 정도인 것이 바람직하다.

또한 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급할 때, 알루

미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질만을 반응 챔버(10) 내부로 공급할수도 있지만, 이동가스(carrier gas)와 함께 공급될 수도 있다. 본 실시예에서는 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 이동가스와 함께 공급하는데, 도 2에 도시된 바와 같이, 원료 공급관(30)을 통해서는 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급하고, 이동가스 공급관(40)으로는 이동가스를 공급한다. 따라서 각 공급관을 통하여 공급되는 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질과 이동가스는 반응 챔버(10)로 진입하는 부분(A)에서 서로 합쳐져서 반응 챔버(10) 내로 공급된다. 이렇게 이동가스와 함께 원료 물질을 공급하게 되면, 원료 공급관 내부에 반응에 의한 파티클 등이 생성되지 않는 장점이 있다. 그리고 이동가스가 공급되는 유량은 1 ~ 1000 sccm(standard cubic centimeters per minute)이 되도록 조절하는 것이 바람직하다.

전술한 방법에 의하여 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질이 반응 챔버(10) 내로 공급되어 반응이 이루어지면, 기판(22) 상에 Alq3 박막이 형성된다. 기판(22) 상에 Alq3 박막이 형성되면, 반응 챔버(10) 내에 남아 있는 미반응원료 물질과 반응에 의하여 발생되는 부산물을 제거하는 공정이 필요하다. 반응에요구되는 원료 물질을 정확한 양을 공급하고, 반응이 이상적으로 이루어지면 부산물 미반응물질이 발생하지 않겠지만, 일반적으로 요구되는 원료 물질의 양 보다과량을 공급하고 반응을 시키는 점 등을 고려하면 다음 반응을 위하여 반응 챔버(10) 내에 남아 있는 잔유물 및 부산물을 제거하는 퍼정 공정이 요구되는 것이다.

<34>

본 실시예에서는 퍼징 공정을 두가지 방법으로 실시한다. 먼저 전술한 반응 챔버(10)에 마련되어 있는 진공 펌프(50)만을 사용하여 반응 챔버(10) 내에 존재하는 잔유물 및 부산물을 제거하는 것이다. 즉, 진공 펌프(50)를 이용하여 반응 챔버(10) 내에 존재하는 모든 가스를 흡입하여 외부로 배출하여 반응 챔버(10) 내에 존재하는 불순물을 제거하는 것이다. 다만 이 방법은 시간이 많이 소요되는 반면, 잔유물 및 부산물 제거는 제대로 이루어지지 않는 단점이 있을 수 있다.

<35>

<36>

<37>

따라서 퍼정 가스를 이동가스 공급관(40)을 통하여 반응 챔버(10) 내로 공급하면서 진공 펌프(50)로 반응 챔버(10) 내부의 가스를 흡입하는 방식이 바람직하다. 즉, 퍼정 가스를 반응 챔버(10) 내로 주입하여 퍼정 가스가 이동하면서 미반응 원료 물질 및 부산물과 함께 진공 펌프(50)를 통하여 외부로 배출되게하는 것이다. 이때 퍼정 가스로는 헬륨(He), 수소(H₂), 질소(N₂), 아르곤(Ar) 중에서 선택되는 것이 바람직하다. 그리고 퍼정 가스가 반응 챔버 내로 공급되는 유량은 1~1000 sccm 인 것이 바람직하며, 공급되는 시간은 0.1~100 초인 것이 바람직하다.

이렇게 해서 반응 챔버(10) 내의 반응되지 않은 알루미늄 원료 물질 및 8-히 드록시퀴놀린 계열 물질과 반응 부산물이 모두 제거되면, 본 실시예에 따른 화학기 상 증착법에 의한 Alq3 박막 제조방법이 종료된다. 필요에 따라 이러한 과정을 반복실시하여 기판 상에 일정한 두께의 Alq3 박막을 제조하는 것도 가능하다.

<38> 이하에서는 도 5를 참조하여 Alq3가 기판위에 증착되는 과정을 보다 구체적으로 설명한다.

우선 도 5a에 도시된 바와 같이, 기판(22)이 위치된 반응 챔버(10) 내에 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급한다. 일정한 반응 온도를 유지하면서 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 반응시키면, 도 5b에 도시된 바와 같이, Alq3 층이 기판(22) 상에 형성된다. 기판(22) 상에 Alq3 층이 형성되면, 반응되지 않고 남은 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열물질과 부산물을 퍼정한다.

그리고 도 5c에 도시된 바와 같이, 다시 한번 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 반응 챔버에 공급하고, 반응 시킨다. 그러면 도 5d에 도시된 바와 같이 일정한 두께의 Alq3 박막이 형성된다. 이러한 일련의 과정을 반복하면원하는 두께의 Alq3 박막을 얻을 수 있는 것이다.

【발명의 효과】

<39>

<40>

본 발명에 의하면, 기판 상의 모든 부분에 대하여 박막의 밀도가 향상되고, 균일한 박막을 얻을 수 있다. 따라서 본 발명은 대면적 기판에 Alq3 박막을 형성시키는데 적합하다. 또한 기존의 유기 EL 기판 생산 공정에 그대로 삽입될 수 있는 장점이 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

화학기상 증착법을 이용하여 박막을 제조하는 방법에 있어서,

- 1) 반응 챔버 내부에 기판을 위치시키고, 상기 반응 챔버 내부를 특정한 반응 온도로 유지하는 단계; 및
- 2) 반응 챔버 내부로 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질을 공급하고, 반응시키는 단계; 를

포함하는 것을 특징으로 하는 Alq3 박막 제조방법.

【청구항 2】

제1항에 있어서,

상기 2) 단계 수행후에, 미반응 원료 물질 및 부산물을 제거하는 퍼징 단계 가 더 포함되는 것을 특징으로 하는 Alg₃ 박막 제조방법.

【청구항 3】

제1항에 있어서,

상기 2) 단계를 적어도 2회 반복하여 수행하는 것을 특징으로 하는 Alq₃ 박막 제조방법.

【청구항 4】

제1항에 있어서, 상기 반응 온도는,

15 ~ 500℃ 인 것을 특징으로 하는 Alg₃ 박막 제조방법.

【청구항 5】

제1항에 있어서, 상기 알루미늄 원료 물질은,

트리메틸알루미늄(TMA1)

트리메틸알루미늄-디메틸에틸아민(TMA1-DMEA)

트리메틸알루미늄-트리메틸아민(TMA1-TMA)

트리메틸알루미늄-트리에틸아민(TMA1-TEA)

트리메틸알루미늄-메틸피롤리딘(TMA1-MP)

트리메틸알루미늄-에틸피롤리딘(TMA1-EP)

트리메틸알루미늄-에틸피페리딘(TMA1-EPP)

트리메틸알루미늄-에틸모폴린(TMA1-EMP)

트리에틸알루미늄(TEA1)

트리에틸알루미늄-디메틸에틸아민(TEA1-DMEA)

트리에틸알루미늄-트리메틸아민(TEA1-TMA)

트리에틸알루미늄-트리에틸아민(TEA1-TEA)

트리에틸알루미늄-메틸피롤리딘(TEA1-MP)

트리에틸알루미늄-에틸피롤리딘(TEA1-EP)

트리에틸알루미늄-에틸피페리딘(TEA1-EPP)

트리에틸알루미늄-에틸모폴린(TEA1-EMP)

로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 Alq_3 박막제조방법.

【청구항 6】

제1항에 있어서, 상기 8-히드록시퀴놀린 계열 물질은,

8-히드록시 퀴놀린(hydroxy quinoline)

5-클로로-8-히드록시 퀴놀린(5-chloro-8-hydroxy quinoline)

4-메틸-8-히드록시 퀴놀린(4-methyl-8-hydroxy quinoline)

5,7-디클로로-8-히드록시 퀴놀린(5,7-dichloro-8-hydroxy quinoline)

2-메틸-8-히드록시 퀴놀린(2-methyl-8-hydroxy quinoline)

으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 Alq_3 박막 제조방법.

【청구항 7】

제1항에 있어서, 상기 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열 물질은.

기체 상태로 반응 챔버에 공급되는 것을 특징으로 하는 Alga 박막 제조방법.

【청구항 8】

제1항에 있어서, 상기 알루미늄 원료 물질 및 8-히드록시퀴놀린 계열

물질은,

0.1초 ~ 1 시간 동안 반응 챔버에 공급되는 것을 특징으로 하는 Alq3 박막 제조방법.

【청구항 9】

제2항에 있어서, 상기 퍼징 단계에서는,

반응 챔버에 마런되는 진공 펌프를 이용하여 미반응 원료 물질 및 부산물을 흡입하여 제거하는 것을 특징으로 하는 Alg3 박막 제조방법.

【청구항 10】

제2항에 있어서, 상기 퍼징 단계에서는,

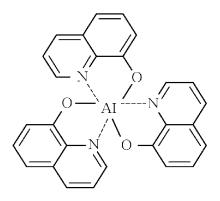
헬륨(He), 수소(H₂), 질소(N₂), 아르곤(Ar) 으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 하나의 퍼징 가스를 주입하고, 반응 챔버에 마련되는 진공 펌프를 이용하여 반응 챔버 내에 존재하는 가스를 흡입하여 제거하는 것을 특징으로 하는 Alq₃ 박막 제조방법.

【청구항 11】

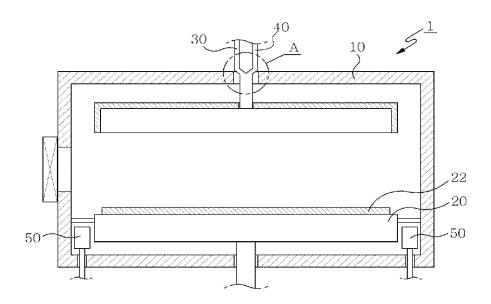
제10항에 있어서, 상기 퍼징 가스는,

1 ~ 1000 sccm의 유량으로 0.1 ~ 100초 동안 주입되는 것을 특징으로 하는 Alq3 박막 제조방법.

[도 1]



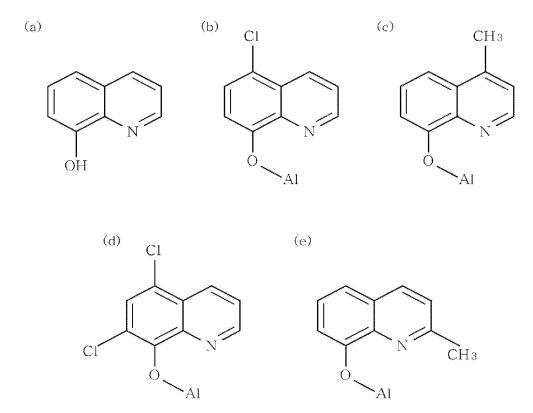
[도 2]



[도 3a]

【도 3b】

[도 4]



[도 5a]

[도 5b]

